

[Generate Collection](#)

L6: Entry 2 of 7

File: JPAB

Jun 14, 1982

PUB-NO: JP357095899A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 57095899 A

TITLE: CORRECTING METHOD FOR DEFORMED SAPPHIRE SINGLE CRYSTAL SHEET

PUBN-DATE: June 14, 1982

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
TAKAHASHI, SHOICHI	
MASUKAWA, KENICHI	

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
TOSHIBA CERAMICS CO LTD	

APPL-NO: JP55173669

APPL-DATE: December 9, 1980

US-CL-CURRENT: 117/3; 117/950

INT-CL (IPC): C30B 29/20; C30B 33/00

ABSTRACT:

PURPOSE: To make a warped sapphire single crystal sheet applicable to the fields of electronic and optical industries, etc. by remarkably correcting the sheet by heat treatment at a specified temp.

CONSTITUTION: A sapphire single crystal is cut, ground, and further subjected to surface working such as lapping or polishing as required. The resulting sapphire single crystal sheet is heat treated at 1,150~1,400°C. Thus, sapphire single crystal sheets with high accuracy in planeness, parallelism, thickness, crystal orientation, etc. can be manufactured easily in a short time in a high yield, and the sheets can be used as a substrate for SOS, a window plate for ultraviolet rays, etc.

COPYRIGHT: (C)1982, JPO&Japio

⑨ 日本国特許庁 (JP) ⑪ 特許出願公開
⑩ 公開特許公報 (A) 昭57-95899

⑪ Int. Cl.³
C 30 B 29/20
33/00

識別記号 廷内整理番号
6703-4G
6703-4G

⑫ 公開 昭和57年(1982)6月14日
発明の数 1
審査請求 未請求

(全4頁)

⑬ サファイア単結晶薄板の変形矯正方法

⑭ 特願 昭55-173669
⑮ 出願 昭55(1980)12月9日
⑯ 発明者 高橋捷一
秦野市曾屋30番東芝セラミック
ス株式会社内

⑰ 発明者 増川健一

秦野市曾屋30番東芝セラミック
ス株式会社内
⑱ 出願人 東芝セラミックス株式会社
東京都新宿区西新宿1丁目26番
2号
⑲ 代理人 弁理士 鈴江武彦 外2名

明細書

1. 発明の名称

サファイア単結晶薄板の変形矯正方法

2. 特許請求の範囲

サファイア単結晶薄板を1150～1400℃の
温湿度下にて熱処理せしめることを特徴とするサ
ファイア単結晶薄板の変形矯正方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明はサファイア単結晶薄板の変形矯正方
法に関する。

最近、サファイア単結晶の育成技術が進歩し、
大形で品質の優れた結晶が得られるようになっ
た。こうしたことから、サファイア単結晶の薄
板を、半導体工業を始めとする電子工業分野、
或いは光学工業分野で使用するようになっ
てきた。例えば、SOS用基板、導線回路用基板、
紫外線用基板、赤外線用板材などである。かかる
薄板は高精度の光学系、或いは電子光学系の
なかで使用されるため、その平面度、平行度、
厚み、結晶方位などの精度が高くなければなら
ない。

ところで、従来のサファイア単結晶薄板はサ
ファイア単結晶を切断加工し、更に研削、必
要に応じてラッピング、ポリシングなどの表面加
工を繰り返して製作されるが、研削後、或いは
表面加工後の薄板は4～7μm/面のそりが生
じる。こうしたそりが発生したサファイア単結
晶薄板は使用上種々の問題を生じる。例えば、
サファイア単結晶薄板からSOS基板を製作し、
この基板のシリコン層に高精度の複数の端子を
フォトエッチングプロセスにより形成する際、
SOS基板の平面度が2.5μm以下、平行度は
7.5μm以下でなければならず、上述のような
多大なそりが発生すると高精度の端子形成に支
障となる。

このようなことから、上記サファイア単結晶
薄板のそりを表面加工技術によつて解消するこ
とが行なわれているが、熟練した技術者を必
要とするばかりか、多大な時間を要し、かつ歩留
りも低いという難点があつた。

これに対し、本発明者は上記欠点を克服すべく脱脂研究を重ねた結果、サファイア単結晶を切断し研削すること、或いは更に表面加工することにより製作したサファイア単結晶薄板を1150～1400℃で熱処理することによって、該薄板のそりを著しく矯正できる方法を見い出した。このような熱処理により薄板のそりが矯正される機構は明らかではないが、本発明者らの研究によれば次のような理由によるものと考えられる。即ち、サファイア単結晶を切断加工、研削加工したり、表面加工を施すと、切り出されたサファイア単結晶薄板に応力が加わり、これら^{かく}蚕となつて薄板にそりが発生する。しかるに、この薄板に所定の温度下で熱処理を施すと、薄板内の蚕が解消されて元の状態に復帰しようとする作用が働きそりが矯正（緩和）されるものと考えられる。

すなわち、本発明はサファイア単結晶薄板を1150～1400℃の温度下にて熱処理せしめることを特徴とするものである。

いう速度で徐冷することを必要とし、本発明の熱処理とは全く異なる。事実、本発明の熱処理を上記アニーリングに適用しても十分な蚕の除去を達成できない。

次に、本発明の実施例を説明する。

実施例1

まず、直径7.6mm、厚さ3.0mmの円柱からなるサファイア単結晶インゴットから808基板用の円板を切り出した。この円板は厚さが平均0.76mm、円板内の厚みの差(±)が平均0.076mm、切断面のそり量が平均0.089mmであった。つづいて、円板を両面研削盤に取付け、両面から研削して平均厚さ0.60mm、平均厚み差0.015mm、平均そり量0.012mmの研削円板を作製した。ひきつづき、直径23.0mm、平面度3μmの4枚の鉄製プレートに前記研削円板を各プレート毎に5枚合計20枚貼り付けた後、それら円板片面を平面研削機で研削した。研削後、接着したままの状態で各円板の平面度を測定したところ、平均4μmであった。

本発明におけるサファイア単結晶薄板とはサファイア単結晶を切断加工し、研削することにより得たもの、研削後さらにラッピングやボリシングなどの表面加工を施すことにより得たもの、である。

本発明において熱処理温度を上記範囲に限定した理由は、その温度を1150℃未満にすると薄板のそり矯正効果が十分凶れず、かといって1400℃を越えるとサファイア単結晶薄板への不純物の拡散が顕著となり薄板の汚染を招く他、1400℃以上にしてそれ以上の矯正効果が期待できず経済性の点からも不利である。

なお、従来においてサファイア単結晶を1800～1900℃で5～10時間加熱した後、200℃/時間以下の速度で徐冷することによって、結晶内部に残存する結晶成長時に生じた蚕を除去するアニーリングが行なわれている。しかしながら、かかる方法はその目的から1800～1900℃という高い温度で、5～10時間という長い時間熱処理し、これを200℃/時間と

次いで、前記鉄製プレートのうちの2枚から合計10枚の円板を剥がし、他の2枚のプレートには10枚の円板をそのまま貼り付けておいた。剥がした10枚の円板をアルミナ質盤に1枚づつ並べて平に置き、このアルミナ質盤をアルミナ質炉心管に収容した後、電気炉に入れ大気中で1250℃まで加熱し、その温度で1時間保持して熱処理を行なつた。その後、炉への通電を停止し室温まで冷却してから円板を取り出し、再び10枚の円板を前記2枚の鉄製プレートに接着した。このように熱処理した円板と、熱処理せずに接着したまま置いた円板を、同時にその表面欠陥が全くなくなるまで研磨した後、全ての円板を剥がし、所定の洗浄を行ない、各円板の厚み、金板厚差(±)、そり量を測定したところ、下記第1表の如き結果となつた。

第 1 表

試 料	熱処理を施したもの						熱処理を施さなかつたもの		
	平均厚み (μm)	全板厚差 (μm)	そり量 (μm)	試 料	平均厚み (μm)	全板厚差 (μm)	そり量 (μm)		
A-1	4.85	1.3	1.2	B-1	5.24	1.5	1.50		
A-2	4.83	1.2	1.0	B-2	5.21	1.8	1.70		
A-3	4.83	1.2	1.3	B-3	5.25	1.6	1.50		
A-4	4.76	1.4	1.4	B-4	5.31	1.5	1.80		
A-5	4.82	1.0	1.1	B-5	5.35	1.9	1.90		
A-6	4.76	7	1.2	B-6	5.06	1.4	1.30		
A-7	4.74	1.0	1.1	B-7	5.08	1.3	1.70		
A-8	4.79	1.1	9	B-8	5.07	1.6	1.50		
A-9	4.73	8	1.3	B-9	5.07	1.4	1.60		
A-10	4.76	9	1.0	B-10	5.05	1.7	1.80		

7

5枚の円板を剥がし、他の1枚のプレートには5枚の円板をそのまま貼り付けておいた。剥がした5枚の円板をアルミナ質ポートに1枚づつ所定間隔で立てかけ、このポートをアルミナ質炉心管に装填した後、電気炉に入れ、大気中にて昇温速度400°C/時間で1150°Cまで加熱し、その温度を3時間保持した。その後、炉への通電を停止し室温まで放冷してから、円板を剥り出し再び5枚の円板を前記1枚の鉄製プレートに接着した。このように熱処理した円板と、熱処理せず接着したまま置いた円板を、同時にその表面欠陥が全くなくなるまで化学研磨した後、全ての円板を剥がし、所定の洗滌を行ない、各円板の厚み、全板厚差(41)、そり量を測定したところ、下記第2表の如き結果となつた。

特開昭57- 95899 (3)

上記第1表から明らかな如く、熱処理を施したサファイア単結晶円板は施さなかつた円板に比べて全板厚差(41)、そり量ともに減少し、特にそり量は激減し、熱処理によって円板のそりが極めて効果的に矯正されることがわかる。

実施例2

リボン状に育成した幅8.0mm、厚み1mmのサファイア単結晶素材を加工して直徑7.6mmの円板にくり抜き、この円板を両面研削盤に取付け、両面から研削して平均厚さ5.68μm、平均厚み差1.1μm、平均そり量8μmの研削円板を作成した。つづいて、直徑23.0mm、平面度3μmの2枚の鉄製プレートに前記研削円板を各プレート毎に5枚合計10枚貼り付けた後、それら円板片面を平面研削盤で研削した。研削後、接着したままの状態で各円板の平面度を測定したところ、平均3.4μmであつた。ひきつづき、これら円板の研削面をダイヤモンド砥粒を用いて研磨した。

次いで、前記鉄製プレートのうちの1枚から

8

第 2 表

試 料	熱処理を施したもの						熱処理を施さなかつたもの		
	平均厚み (μm)	全板厚差 (μm)	そり量 (μm)	試 料	平均厚み (μm)	全板厚差 (μm)	そり量 (μm)		
C-1	4.90	1.2	8	D-1	5.08	1.4	1.70		
C-2	4.92	1.0	1.1	D-2	5.07	1.7	1.50		
C-3	4.90	8	5	D-3	5.06	2.0	1.90		
C-4	4.93	9	7	D-4	5.09	1.8	2.00		
C-5	4.95	8	1.2	D-5	5.07	1.9	1.80		

9

実施例 3.

寸法が $100 \text{ mm}^L \times 100 \text{ mm}^W \times 30 \text{ mm}^t$ のサファイア単結晶ブロックを切断加工し厚さ 1.8 μm の角板を切り出した。この角板は平均厚さが 1.83 μm 、平均厚み差が 0.097 μm 、平均そり量が 0.093 μm であった。つづいて、直径 230 μm 、平面度 3 μm の 2 枚の高密度アルミナブレートに前記角板を各ブレート毎に 4 枚合計 8 枚貼り付けた後、それら角板片面を平面研削機で研削した。研削後、接着したままの状態で各角板の平面度を測定したところ、平均 3 μm であった。ひきつづき、これら角板をその研削面のスクランチやピットなどの欠陥が完全になくなるまで研磨した。更に、各角板をアルミナブレートから剥がし、裏返しにして再び同じブレートに貼り付けた後、研削機で研削し、各角板の厚さと平面度を測定したところ、平均厚さは 1.648 μm 、平均平面度は 3 μm であった。その後、角板の片面を再度、スクランチやピットなどの欠陥が完全になくなるまで研磨した。

11

第 3 表

熱処理を施したもの		熱処理を施さなかつたもの							
試料	平均厚み	全板厚差	平面度差	試料	平均厚み	全板厚差	平面度差		
E-1	1.610 (mm)	1.4	5 (μm)	P-1	1.608	1.3	4 (μm)		
E-2	1.610	1.0	5	P-2	1.607	1.1	1.0		
E-3	1.608	7	4	P-3	1.609	1.2	1.5		
E-4	1.610	9	5	P-4	1.610	1.3	1.7		

13

特開昭57- 95899 (4)

次いで、前記アルミナブレートのうちの 1 枚から 4 枚の角板を剥がし、他の 1 枚のブレートには 4 枚の角板をそのまま貼り付けておいた。剥がした 4 枚の角板を洗浄し、アルミナ質ポートに所定間隔をあけて立てかけ、このポートをアルミナ質炉心管に接続し、更に炉心管に酸素導入管を接続した後、SiC 発熱体を備えた電気炉に入れ、酸素ガスの導出気中にて昇温速度 300 $^{\circ}\text{C}$ / 時間で 1300 $^{\circ}\text{C}$ まで加熱し、その温度を 0.5 時間保持した。その後、炉への通電を停止し、酸素ガスを供給しながら室温まで放冷してから、角板を取り出し再び 4 枚の角板を前記 1 枚のアルミナブレートに接着した。このように熱処理した角板と、熱処理せずに接着したまま置いた円板との厚み、全板厚差 (41)、そり量を測定したところ、下記第 3 表の如き結果となつた。

12

以上詳述した如く、本発明によればサファイア単結晶を切断し研削すること、或いは更に表面加工することにより製作したサファイア単結晶薄板を 1150 ~ 1400 $^{\circ}\text{C}$ で熱処理することによつて、該薄板のそりを著しく矯正でき、半導体工業などの電子工業分野、或いは光学工業分野に好適に利用し得るサファイア単結晶薄板を提供できる等顕著な効果を有する。

出願人代理人弁理士 鈴江武彦